

METHOD OF PLASMA TREATMENT

Patent number: JP3086731
Publication date: 1991-04-11
Inventor: ITO TOSHIYASU; others: 04
Applicant: TOYODA GOSEI CO LTD
Classification:
 - International: C08J7/00; B01J19/08
 - European:
Application number: JP19890225078 19890831
Priority number(s):

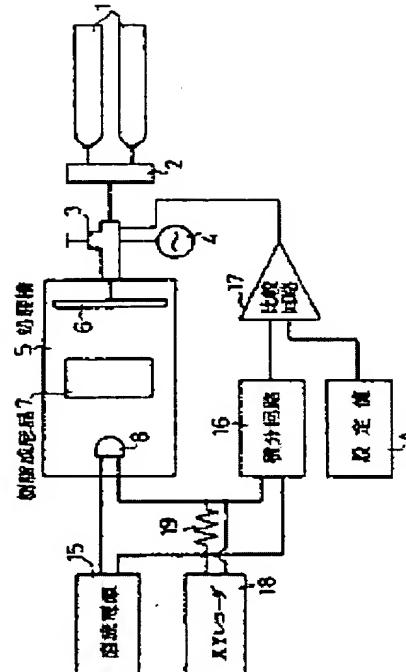
Also published as:

US5064679 (A1)

Abstract of JP3086731

PURPOSE: To achieve a sufficient surface improvement even when the amt. of a plasma gas in a treating bath is decreased by ejecting the plasma gas to a molded resin article until the integrated value of the ion and/or electron density in the bath reaches a specified value.

CONSTITUTION: A DC power supply 15 is turned on to supply a specified voltage to a probe electrode 8; a treating bath 5 is evacuated; a treating gas, oxygen, is supplied from a bomb 1 to a plasma-generating apparatus 3 to actuate the apparatus 3; a high frequency power supply 4 is turned on to cause the apparatus 3 to output a microwave, which converts the treating gas into an oxygen plasma gas; and the plasma gas is ejected from a plasma-ejecting pipe 6 in the bath 5 to a molded resin article 7, and thus the surface of the article 7 is activated. The electrode 8 continuously detects a probe current and outputs to an integrating circuit 16, where the output data are integrated and an integrated value of the ion and/or electron density is output and the value is compared with a predetermined value in a comparator circuit 17. In the integrated value is larger than the predetermined value, the comparator circuit 17 outputs a signal to stop the operation of the apparatus 3.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

平3-86731

⑬ Int. Cl. 5

C 08 J 7/00
B 01 J 19/08

識別記号

3 0 6

庁内整理番号

E 8720-4F
6345-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)4月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 プラズマ処理方法

⑯ 特 願 平1-225078

⑰ 出 願 平1(1989)8月31日

⑱ 発明者 伊藤 敏安 愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑1番地 豊田合成株式会社内

⑲ 発明者 萩巣 康彦 愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑1番地 豊田合成株式会社内

⑳ 発明者 千田 昌伸 愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑1番地 豊田合成株式会社内

㉑ 発明者 舟橋 利一 愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑1番地 豊田合成株式会社内

㉒ 出願人 豊田合成株式会社 愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1番地

㉓ 代理人 弁理士 恩田 博宣 外1名

最終頁に続く

明細書

1. 発明の名称

プラズマ処理方法

2. 特許請求の範囲

1. 処理槽(5)内に配置された樹脂成形品(7)にプラズマガスを照射して、その樹脂成形品(7)の表面を活性化させるようにしたプラズマ処理方法において、プラズマ処理中の処理槽(5)内のイオン及び/又は電子の密度を連続的に測定し、その積算量が予め定めた量に達したとき、プラズマ処理を停止するようにしたことを特徴とするプラズマ処理方法。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は樹脂成形品の表面に活性化処理を施すために用いられるプラズマ処理方法に関するものである。

【従来の技術】

従来からポリエチレン、ポリプロピレン等の非極性高分子からなる樹脂成形品は塗料に対する付

着性がよくないので、この樹脂成形品の表面に活性化処理を施すことが知られている。そして、この活性化処理としては、紫外線照射処理法、コロナ放電処理法、プライマ処理法等の種々の処理法が知られているが、塗料の付着性がまだ十分ではなく、また処理コストが比較的かかる等の問題がある。そこで、これらの方法に代わるものとしてプラズマ処理方法が採用されている。

前記プラズマ処理方法に使用される装置としては、例えば特公昭63-51062号公報に開示されたものがある。この装置は樹脂成形品が配置される処理槽と、その処理槽内に配設され、樹脂成形品の表面にプラズマガスを照射するためのプラズマ照射管とを備えている。そして、このプラズマ照射管からのプラズマガスの照射時間はタイマーにより計測され、照射開始から予め定められた時間が経過すると、そのプラズマガスの照射が停止されるようになっている。

【発明が解決しようとする課題】

ところが、前記従来のプラズマ処理方法におい

ては、その処理中にタイマーが作動しているにもかかわらず樹脂成形品表面の活性化の度合が低下することがある。すなわち、プラズマ照射管からの照射量に変化がないにもかかわらず、処理槽内のプラズマの量が減少すると見られるような現象が起こることがある。そのため、処理時間に基づいてプラズマ処理を停止するようにした従来の方法では、前記のような現象に対応できず、樹脂成形品の表面の改質が十分行われないまま、プラズマ処理を終えてしまうおそれがあった。

ところで、プラズマ処理を施すことによる表面の改質の度合は、その表面の濡れ性の程度を見ることにより判断できる。第3図は、この濡れ性の程度を測定したものであり、イオン密度を横軸に、また水を樹脂成形品の表面に滴下したときの、その表面に対する水の接触角を縦軸にそれぞれ表している。

この図から、イオン密度が大きくなるほど接触角が小さくなり、表面改質の程度が大きくなっていることがわかる。すなわち、樹脂成形品の表面

改質に寄与する活性種（処理ガスが酸素ガスの場合には酸素ラジカル）の量は、プラズマ雰囲気中のイオンの密度に比例するものと考えられる。また、プラズマ雰囲気中の電子の密度についても同様のことが推定できる。このため、プラズマ雰囲気中のイオンや電子の密度を計測できれば、活性種の量、ひいては被塗装品表面の活性化の度合を予測することができる。

本発明は前述したような観点に基づいてなされたものであって、その目的は処理槽内のプラズマの量が減少した場合にも、樹脂成形品の表面を十分に活性化させてその表面改質を確実に行うことができるプラズマ処理方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

そこで、前記目的を達成するために本発明は、処理槽内に配置された樹脂成形品にプラズマガスを照射して、その樹脂成形品の表面を活性化させるようにしたプラズマ処理方法において、プラズマ処理中の処理槽内のイオン及び／又は電子の密度を連続的に測定し、その積算量が予め定めた量

に達したとき、プラズマ処理を停止するようにしたプラズマ処理方法をその要旨とするものである。

【作用】

処理槽内の樹脂成形品にプラズマガスが照射されている間は、その処理槽におけるイオン及び／又は電子の密度が連続的に測定される。そして、この測定値の積算量が予め定めた量に達すると、プラズマガスの照射が停止される。

【実施例】

以下、本発明を具体化した一実施例を図面に従って説明する。

まず、本実施例のプラズマ処理方法を行うために用いられる処理装置についてその概略を説明する。第1図に示すように、処理ガスとしての酸素ガスが充填されたポンベ1にはガス流量計2を介してプラズマ発生装置3が接続されている。このプラズマ発生装置3には高周波電源4が接続されており、マイクロ波が前記プラズマ発生装置3に出力され、その結果、処理ガスがマイクロ波によって励起されてプラズマガス状態に解離し、低温

のプラズマガスが連続的に流出されるようになっている。プラズマ発生装置3の流出側には処理槽5が設けられており、同処理槽5内に配設されたプラズマ照射管6がこのプラズマ発生装置3に連結されている。そして、プラズマ照射管6に形成された多数個の噴射孔（図示しない）から低温のプラズマガスが、処理槽5内に収容された樹脂成形品7の表面に向けて照射されるようになっている。

前記処理槽5内にはプローブ電極8が取付けられている。第2図に示すようにこのプローブ電極8では、フッ素樹脂製チューブ9で被覆された2本のリード線10の各先端（第2図右端）に対し、電極部11がかしめ固定されている。本実施例ではプローブ電極8がプラズマガスに曝されても酸化しないように、これらの電極部11として直径約0.5mmの白金製のものを用いた。また、各電極部11にはその先端部（この場合約1.0mm）が露出するように、酸化アルミニウム製の絶縁管12が外嵌されている。そして、両電極部11間の距

離を一定（この場合約2mm）に保つために、絶縁管12の基端部はエポキシ接着剤13で接着固定されている。さらに、前記エポキシ接着剤13から発生するガスによるプラズマへの影響を無くすために、そのエポキシ接着剤13の外側にはフッ素樹脂製シールテープ14が巻き付けられている。

第1図に示すように、前記プローブ電極8の入力側には直流電源15が接続されている。本実施例ではこの直流電源15として定電圧電源（タカラサゴ製 GP060-3）を用い、プローブ電極8の両電極部11間に常時30Vの電圧を印加するように設定されている。このように電圧が印加されると、両電極部11間にプローブ電流が流れることになる。このプローブ電流はプラズマ雰囲気中のイオンの密度に比例して変化する。

前記プローブ電極8の出力側と直流電源15との間には抵抗19が接続されている。この抵抗19はプローブ電流を検出するためのものであり、その抵抗値はプラズマの内部抵抗を考慮して十分小さく、しかも出力が得られるような大きさである

必要があり、本実施例では10KΩに設定した。

前記抵抗19の両端には積分回路16が接続されており、この積分回路16はプラズマ発生装置3の作動開始と同時に作動し、プローブ電極8によって検出されたプローブ電流を積算するようになっている。また、積分回路16の出力側には比較回路17が接続されており、この比較回路17は積分回路16から出力されたプローブ電流の積算値と予め定められた設定値Aとを比較し、積算値が設定値Aよりも大きくなったときに、前記プラズマ発生装置3の作動を停止させる停止信号を出力するようになっている。前記設定値Aは、樹脂成形品7の表面を十分活性化させるために必要な活性種の量に基づいて算出した値である。

なお、前記抵抗19の両端には、モニター用の記録手段としてXYレコーダ（グラフィック製WX1000）18が接続されており、プローブ電極8によって検出されたプローブ電流をモニター及び記録するようになっている。

前記のように構成された本実施例の処理装置を

用いてプラズマ処理を行う場合には、まず、直流電源15を投入してプローブ電極8に所定の電圧（この場合30V）を印加しておく。また、処理槽5内を真空ポンプ（図示しない）により減圧し、ポンベ1から処理ガスとしての酸素ガスをプラズマ発生装置3に送り、これを作動させるとともに、高周波電源4を投入してマイクロ波をプラズマ発生装置3に出力させる。

酸素ガスはそのマイクロ波によりプラズマ状態に励起されて酸素プラズマガスとなり、低温状態で処理槽5内へ送られる。そして、酸素プラズマガスはプラズマ照射管6から吹き出され樹脂成形品7の表面に照射される。この樹脂成形品7は酸素プラズマと接触すると、その酸素プラズマの高い活性によって表面にカルボニル基やカルボキシル基等の官能基を生ずる。

ところで、前記のようにプラズマ発生装置3の作動が開始されると同時に、積分回路16はそれまでに積算された値をリセットする。そして、プローブ電極8は連続的にその時々のプローブ電流

を検出し、その検出値を積分回路16へ出力する。積分回路16はプローブ電極8から出力されたプローブ電流を積算し、その積算値を出力する。積分回路16から出力されたプローブ電流の積算値が比較回路17に入力されると、この比較回路17は予め定めた設定値Aと前記積算値とを比較する。積算値が設定値A以下である場合には、プラズマ発生装置3に作動を続けさせる信号を出力する。そして、積算値が設定値Aよりも大きくなると、比較回路17はプラズマ発生装置3を停止させるための停止信号を出力する。

従って、本実施例のプラズマ処理方法によれば、タイマーの計測に基づいてプラズマガスの発生を停止させるようにした従来の方法とは異なり、プラズマ処理中にたとえ処理槽5内のプラズマの量が減少するような現象が起こっても、樹脂成形品7の表面が十分に活性化されるまではプラズマの照射が停止されない。そのため、樹脂成形品7における表面の改質を確実に行うことができ、品質の向上を図ることができる。

なお、前記実施例ではプローブ電極 8 により、
プラズマ雰囲気中のイオン密度に基づくプローブ
電流を計測したが、このイオンに代えて電子密度
を測定したり、あるいはこれら両者を測定したり
する等、発明の趣旨から逸脱しない範囲で任意に
変更して具体化してもよい。

【発明の効果】

以上詳述したように、本発明によれば処理槽内
のプラズマの量が減少した場合にも、樹脂成形品
の表面を十分に活性化させて確実に改質させること
ができるという優れた効果を奏する。

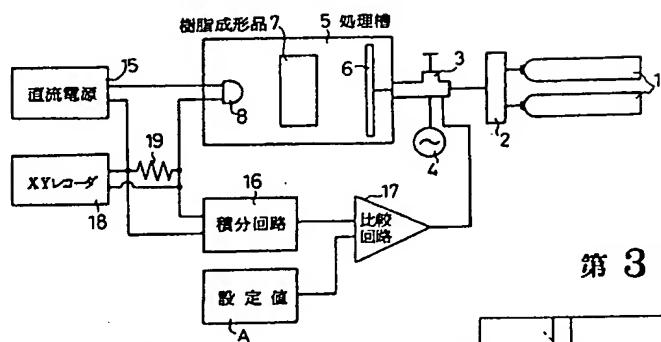
4. 図面の簡単な説明

図面は本発明を具体化した一実施例を示し、第
1図はプラズマ処理装置の構成を示す説明図、第
2図はプローブ電極の拡大断面図、第3図はイオ
ン密度と接触角との関係を示すグラフである。

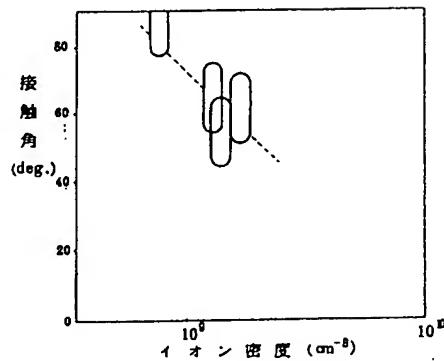
5 … 処理槽、7 … 樹脂成形品。

特許出願人 豊田合成株式会社
代理人 弁理士 恩田博宣 (ほか1名)

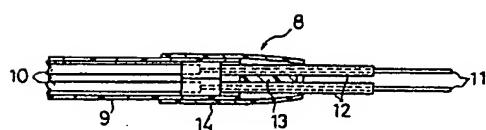
第1図



第3図



第2図



第1頁の続き

②発明者 高橋 成幸 愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畠1番地 豊田合成
株式会社内